

EUR 4057 f

COMMUNAUTE EUROPEENNE DE L'ENERGIE ATOMIQUE - EURATOM

LIBRARY

**MACHINE DE MICRODURETE
A HAUTE TEMPERATURE SOUS VIDE**

par

D. GRUNSPAN, J. JACQUES
(S.E.A.V.O.M., Argenteuil - France)

et

P. BONNET, M. GRIN
(EURATOM)

1968



Programme ORGEL

**Centre Commun de Recherche Nucléaire
Etablissement d'Ispra - Italie**

Métallurgie et Céramique

AVERTISSEMENT

Le présent document a été élaboré sous les auspices de la Commission des Communautés Européennes.

Il est précisé que la Commission des Communautés Européennes, ses contractants, ou toute autre personne agissant en leur nom :

ne garantissent pas l'exactitude ou le caractère complet des informations contenues dans ce document, ni que l'utilisation d'une information, d'un équipement, d'une méthode ou d'un procédé quelconque décrits dans le présent document ne porte pas atteinte à des droits privés;

n'assument aucune responsabilité pour les dommages qui pourraient résulter de l'utilisation d'informations, d'équipements, de méthodes ou procédés décrits dans le présent document.

Ce rapport est vendu dans les bureaux de vente indiqués en 4^e page de couverture

au prix de FF 6,—

FB 60,—

DM 4,80

Lit. 750

Fl. 4,30

Prière de mentionner, lors de toute commande, le numéro EUR et le titre qui figurent sur la couverture de chaque rapport.

Imprimé par Guyot, s.a.
Bruxelles, septembre 1968

Le présent document a été reproduit à partir de la meilleure copie disponible.

EUR 4057 f

COMMUNAUTE EUROPEENNE DE L'ENERGIE ATOMIQUE - EURATOM

MACHINE DE MICRODURETE A HAUTE TEMPERATURE SOUS VIDE

par

D. GRUNSPAN, J. JACQUES
(S.E.A.V.O.M., Argenteuil - France)

et

P. BONNET, M. GRIN
(EURATOM)

1968



Programme ORGEL

Centre Commun de Recherche Nucléaire
Etablissement d'Ispira - Italie

Métallurgie et Céramique

RÉSUMÉ

Un nouvel appareil de microdureté à chaud présente les caractéristiques suivantes :

- opération sous vide (5.10^{-6} Torr);
- chauffage à chaud par bombardement électronique de l'échantillon qui se présente sous forme d'une pastille de 25 mm de diamètre.
Le gradient de température maximum mesuré sur un cercle de 16 mm de diamètre est de l'ordre de 18 °C à 1 000 °C et ne dépasse pas 5 °C à 700 °C. Ce mode de chauffage permet d'atteindre des vitesses de chauffage ou de refroidissement très élevées : de 20 °C à 1 000 °C ou de 1 100 °C à 300 °C en 120 s.
- la mesure de l'empreinte se fait à chaud à l'aide d'un microscope spécial (l'objectif à miroir de longue focale permettant un grossissement de 600 pour une ouverture numérique de 0,5);
- possibilité de mesurer la vitesse d'enfoncement du pénétrateur à l'aide d'un capteur de déplacement du type capacitif;
- le nombre d'empreintes sur un même échantillon peut atteindre 100, la gamme des charges s'étend de 5 g à 1 000 g.

Quelques exemples d'application de cet appareillage sont donnés :

- courbe de microdureté de 4 grades de SAP de 20 °C à 500 °C;
- évolution structurale en fonction du temps d'un acier à 12 % de chrome après trempe à partir du domaine austénitique;
- évolution structurale en fonction de la température d'un alliage Zr Nb à 2,5 % de Nb.

MOTS CLÉS

MICROHARDNESS
INSTRUMENTS
HIGH TEMPERATURE
VACUUM
OPERATION
ELECTRON BEAMS
HEATING
VICKERS HARDNESS
MICROSCOPY

GAGES
DIAGRAMS
SAP
ZIRCONIUM ALLOYS
NIOBIUM ALLOYS
CHROMIUM STEELS
HEAT TREATMENTS
METALLOGRAPHY

TABLE DES MATIERES

<u>INTRODUCTION</u>	7
1. <u>DESCRIPTION DE L'APPAREILLAGE</u>	9
1.1. Pénétrateur - système de mise en charge (Fig.4)	9
1.2. Microscope	10
1.3. Chariot porte-échantillon (Fig.5).....	11
1.4. Chauffage de l'échantillon	11
1.5. Enceinte à vide - groupe de pompage - (Fig.6)	12
1.6. Contrôle commande	13
2. <u>VERIFICATION EXPERIMENTALE DE CERTAINES CARACTERISTIQUES TECHNIQUES</u>	13
2.1. Echantillon (Fig. 7)	13
2.2. Chauffage et mesure de la température	13
2.2.2.Précision sur l'homogénéité des températures	14
2.2.3.Vitesse de chauffage et de trempe	15
2.3. Vide (Voir 1.5)	15
2.4. Mise en charge	16
2.4.2.Séquence de charge	16
2.4.3.Influence de la différence de température entre échantillon et pénétrateur sur les mesures de dureté	17
2.5. Empreintes	19
2.5.1.Dimensions des empreintes	19

- Fig. 16 - Détermination du temps de préchauffage du pénétrateur
- 30 min sous charge de 1 g -
- Fig. 17 - Détermination du temps de préchauffage du pénétrateur
- 5 min sous charge de 100 g -
- Fig. 18 - Détermination du temps de préchauffage du pénétrateur
- 30 min sous charge de 100 g -
- Fig. 19 - Micrographie d'empreintes prises sur le Zr Nb
- Fig. 20 - Micrographie d'empreintes prises sur un acier à
12% de Cr sous différents charges
- Fig. 21 - Microdureté de la température de l'acier inoxydable
18/8
- Fig. 22 - Micrographie d'empreintes de microdureté réalisées sur
acier inoxydable 18/8
- Fig. 23 - Microdureté en fonction de la température des SAP 4 -
7, 10 et 14%.
- Fig. 24 - Variation de la dureté en fonction de la transforma-
tion à température constante
- Fig. 25 - Acier à 12% de Cr - courbe TTT -
- Fig. 26 - Détermination des points de transformation d'un allia-
ge Zr - 2,5 Nb.

MACHINE DE MICRODURETE A HAUTE TEMPERATURE SOUS VIDE⁽⁺⁾

INTRODUCTION

La méthode d'essai dite de microdureté, qui s'est considérablement développée ces dernières années a permis d'accroître nos connaissances de la métallurgie des alliages grâce à la possibilité qu'elle offre de mesurer des différentes phases constituant un alliage.

Toutefois, l'accroissement du domaine d'emploi des alliages aux températures de plus en plus élevées, ainsi que les études relatives aux traitements thermiques exigeaient des méthodes d'essais appropriées ; dans le domaine de la microdureté une lacune subsistait car aucun appareil existant sur le marché ne permettait de faire des mesures de dureté et de mesurer les empreintes à chaud sur la structure métallographique sur laquelle elles ont été réalisées.

L'appareil présenté, étudié par la SEAVOM en collaboration avec la Division Métallurgie et Céramique du C.C.R. - Ispra - comble cette lacune. (Fig. 1)

Il permet d'effectuer des essais de microdureté sur des échantillons, métalliques avec des charges variant depuis 5 g jusqu'à 1000 g.

L'échantillon, qui est placé sous vide de façon à éviter son oxydation, peut être porté et maintenu à des températures variant de l'ambiante à 1100° grâce à un système de chauffage par bombardement électronique, permettant de très grandes vitesses de chauffage. Un dispositif de refroidissement rapide permet de réaliser des trempes.

L'échantillon peut être examiné, et l'empreinte mesurée en étant maintenus à la température désirée - grâce à un dispositif microscopique autorisant un grossissement de 600 - avec une ouverture numérique de 0,5.

⁽⁺⁾Manuscrit reçu le 13 mai 1968.

Un dispositif d'indexage, faisant partie du support de l'échantillon permet de réaliser des empreintes en des points de l'échantillon pouvant être choisis par l'opérateur.

L'appareillage comporte également un capteur de déplacement placé sur le pénétrateur et permettant d'effectuer des mesures de vitesses de pénétration dans des conditions expérimentales très particulières.

1. DESCRIPTION DE L'APPAREILLAGE

L'appareillage entièrement placé sous vide se compose d'un marbre indéformable posé sur une suspension élastique isostatique et dont l'horizontalité peut être réglée depuis l'extérieur de l'enceinte.

Sur ce marbre sont disposés:

- un ensemble pénétrateur - dispositif de mise en charge -
- une colonne support de microscope
- une glissière sur laquelle peut se mouvoir un chariot porte échantillon.

Ces différentes parties peuvent être repérées soit sur le schéma de principe de la Fig. 2 soit sur les Fig. 3 et 4 .

1.1. Pénétrateur - système de mise en charge - (Fig. 4)

Le porte pénétrateur est constitué par une tige métallique réalisée en 2 tronçons, la partie inférieure étant démontable de façon à permettre le changement aisé du pénétrateur fixé à son extrémité inférieure.

Le porte pénétrateur est suspendu au fléau d'une balance dont il équilibre exactement le contrepoids, et est guidé dans sa partie médiane par un système sans frottement constitué par des "chenilles" en métal à haute limite d'élasticité. Sur le porte pénétrateur sont disposés :

- . Un capteur de déplacement à variation de capacité, sensible à $0,1 \mu$ monté sur un dispositif de compensation de la dilatation thermique du porte pénétrateur.

- . Un noyau d'électro-aimant permettant de réaliser la mise en charge progressive
- . Des ailettes de réfrigération par rayonnement thermique.

Des écrans thermiques sont disposés autour du pénétrateur vers les parties supérieures de la machine.

Les charges d'essai sont réalisées en ajoutant des poids marqués sur un ratelier solidaire du fléau de la balance - une échelle optique permet d'ajuster exactement la charge. Le pénétrateur, interchangeable, peut être de n'importe quel type (Vickers, Knoop ...).

1.2. Microscope

Il est fixé sur une colonne solidaire du marbre de référence, la traversée de l'enceinte se faisant par un soufflet permettant l'isolement en vibration du microscope (le microscope se trouve placé à l'air libre).

Il est constitué par un objectif à miroir de grossissement 40, ouverture numérique 0,5 et de 18 mm. de distance frontale - permettant un grossissement global de 600 -.

Il est muni d'un oculaire micrométrique permettant la mesure des dimensions des empreintes, et peut être pourvu d'un appareil photographique.

Deux mouvements (rapide et micrométrique) facilitent la mise au point.

Les visées à travers l'enceinte se font à travers 2 hublots de quartz:

- . 1 hublot de 1,5 mm. d'épaisseur pour l'étanchéité
- . 1 hublot de 0,5 mm. permettant la protection du premier contre la métallisation.
Ce second hublot peut être facilement changé de l'extérieur grâce à un changeur muni de 5 hublots de rechange.

1.3. Chariot porte-échantillon (Fig. 5)

Il permet de transporter l'échantillon de l'emplacement où sont réalisées les empreintes vers le microscope d'examen, et d'assurer le positionnement exact de l'échantillon à ces 2 emplacements.

Sur ce chariot sont disposés :

- Un dispositif d'indexage à transmission électrique permettant de positionner un point précis de l'échantillon sous le microscope ou sous le pénétrateur.
- Un dispositif de montée et de descente amenant la surface de l'échantillon en contact du pénétrateur à vitesse lente.

L'échantillon est placé sur une enclume fixée sur le chariot.

Il est entouré par la diode de chauffage par bombardement électronique qui se déplace avec lui.

Une circulation d'eau à l'intérieur du chariot empêche l'élévation de sa température.

1.4. Chauffage de l'échantillon

Il est réalisé à l'aide d'un canon à bombardement électronique présentant une symétrie de révolution : un filament chauffé à 2000° par effet joule entoure l'échantillon; il peut être porté à une haute tension négative par rapport à l'échantillon réglable de 0 à 5000 Volts. Les électrons émis par le filament sont accélérés par le champ électrostatique concentrique à l'échantillon et viennent frapper la surface latérale de celui-ci.

Ce procédé permet une excellente homogénéité de température, sur des cercles concentriques à l'échantillon (les empreintes étant précisément réalisées sur un de ces cercles), une inertie thermique pratiquement limitée à celle de l'échantillon et

une forte densité d'énergie à la surface de l'échantillon permettant des vitesses de chauffage très élevées ($\simeq 1000^\circ/\text{mn}$), un fonctionnement possible sous vide, la possibilité de chauffer des corps isolants et réfractaires (céramiques). En outre, un dispositif de refroidissement rapide permettant de réaliser des trempes a été prévu sur l'appareillage.

1.5. Enceinte à vide - groupe de pompage - (Fig.6)

L'enceinte à vide vient coiffer l'ensemble du dispositif mécanique. Elle est pompée par :

- Une pompe mécanique à piston pour le prévidage
- Une pompe à diffusion d'huile pour le vide secondaire
- Une pompe cryogénique à sorbtion pour décharger la pompe à diffusion.

Cette disposition permet d'éviter les vibrations produites par la pompe à piston puisqu'elle n'est plus en service pendant les mesures.

L'ensemble permet d'atteindre une pression inférieure à 5.10^{-6} Torr. permettant :

- Un fonctionnement correct du système de chauffage par bombardement électronique
- l'absence totale d'altération de l'échantillon
- dans certains cas, la "révélation" des structures métallographiques par évaporation différentielle aux joints des grains.

1.6. Contrôle commande

3 armoires de contrôle-commande et un pupitre machine permettent le fonctionnement de l'ensemble. (Fig. 1)

Elles comportent notamment :

- Une alimentation haute tension 5000 V pour la tension d'accélération du canon à électrons
- Un enregistreur régulateur de température de l'échantillon
- Un enregistreur du signal de capteur de déplacement
- Une transmission permettant l'indexage de l'échantillon
- Un tiroir de mesure du vide
- Un tiroir de démodulation du capteur de déplacement
- Différents dispositifs de sécurité.

2. VERIFICATION EXPERIMENTALE DE CERTAINES CARACTERISTIQUES TECHNIQUES

2.1. Echantillon (Voir Fig. 7)

Les empreintes sont réalisées sur un cercle de 16 mm. de diamètre correspondant au $\frac{2}{3}$ du diamètre de l'échantillon.

2.2. Chauffage et mesure de la température

2.2.1 - Le chauffage est effectué par bombardement électronique

(voir 1.4.). la température est mesurée par un thermocouple Chromel Alumel dont la soudure chaude est placée à 0,5 mm. de la surface de l'échantillon sur le cercle de 16 mm. où se font les empreintes (voir Fig. 7). Avec ce type de thermocouple la gamme de mesure des températures est de 20° à 1100°C environ.

2.2.2. Précision sur l'homogénéité des températures

Un échantillon en acier inoxydable du type 18-8 a été équipé de 14 thermocouples placés sur le cercle de mesure. Il a été soumis à des chauffages jusqu'à 1000°C pour différents types de filaments. Les cartes de température ont été relevées en circonférentiel et en radial. Beaucoup de déterminations ont été ainsi effectuées les Fig. 8 - 9 - 10 et 11 en donnent des illustrations les plus significatives.

D'une manière générale l'homogénéité de température est satisfaisante.

Le tableau suivant donne une comparaison entre le ΔT espéré et le ΔT mesuré en circonférentiel.

Température	ΔT °C espéré	ΔT °C mesuré* (Fig.10)	ΔT °C mesuré* (Fig.11)
1000 °C	± 8		18°
700 °C	± 4	21°	10°
600 °C	± 4	9°	3° (575°C)
400 °C	± 2	4°	

*

Les différences entre les valeurs de la 3° et de la 4° colonne sont dues à un excentrement du filament par rapport à l'échantillon.

2.2.3. Vitesse de chauffage et de trempe

La souplesse du bombardement électronique et d'adjonction d'un système d'injection de gaz (He très pur) permettent d'espérer des vitesses de chauffage et de trempe relativement importantes (voir 1.4.).

Les résultats consignés ci-après ont été obtenus en conservant une marge de sécurité pour le fonctionnement du canon; les vitesses pourraient être en effet augmentées en poussant le matériel aux limites de ses possibilités.

- Un essai de chauffage rapide a été effectué sur un échantillon d'acier à 12% de Cr (P12); le passage de 20°C à 1000°C s'est effectué en 120 s.
- Les essais de refroidissement sur le même échantillon ont donné les résultats suivants : Fig. 12
 - . Trempe de 1100°C à 300°C en 120 sec. à l'aide du dispositif d'injection Hélium.
 - . Refroidissement sans jet d'Hélium de 1070°C à 700°C en 120 sec.

Ces vitesses de refroidissement s'avèrent donc suffisamment rapides pour étudier, dans la plupart des cas, des phénomènes : soit de trempe isothermes, soit de trempe et revenu.

2.3. Vide (Voir 1.5)

Le vide est généralement bon, la surface de l'échantillon est assez rarement altérée par oxydation jusqu'à des températures assez importantes. A partir de 700°C sur un échantillon d'acier inoxydable il nous a été donné d'observer un très léger changement de teinte dû à l'oxydation, qui ne gênait en rien les

mesures. Par contre, sur un échantillon de Zr-Nb l'oxydation est cependant assez importante vers 870°C, malgré un vide très bon dans l'enceinte (de l'ordre de 4.10^{-6}), rendant les mesures assez difficiles. Pour donner un autre résultat, sur ce même échantillon de Zr-Nb la mesure de vide relevée à la jauge de Penning, placée à l'entrée de l'enceinte donne 2.10^{-6} à 820°C et l'oxydation est pratiquement nulle. Il semble donc que les conditions de dégazage local peuvent amener des conditions favorables à une oxydation. Il convient donc, lorsque ceci est possible, d'effectuer un dégazage préalable de l'échantillon et du filament.

2.4. Mise en charge

La charge appliquée varie de gramme en gramme de 1 g à 1000 g. Il est à noter que, malgré l'installation du bloc antivibratoire et de la pompe à zéolite, il est pratiquement impossible d'effectuer des mesures valables avant une charge de 5 g.; le système "balance" entre légèrement en vibration et les empreintes s'agrandissent à chaque choc comme d'ailleurs l'avait remarqué BUCKLE (1) et BISCHOF (2).

2.4.2. Séquence de charge

La charge peut être appliquée soit manuellement soit à l'aide d'un électroaimant de retenue pour minimiser l'effet du choc (voir 1.1.). Dans le cas de l'emploi de l'électroaimant la mise en charge se fait en 2 stades.

1° stade : Comme le système balance pénétrateur est un système métastable susceptible d'oscillations, il est donc nécessaire de laisser une partie de la charge totale (5 g. env.) non compensée par l'électroaimant. L'application de cette précharge se fait rapidement en moins d'une seconde. Cependant, lors de ce premier contact, outre

l'empreinte réalisée par cette "précharge", se superpose l'effet d'inertie de l'ensemble "balance-pénétrateur".

Cet ensemble de masse M (2,5 Kg. env.) met en jeu une quantité de mouvement MV (V étant la vitesse de mise en charge). BUCKLE (1) a montré que cette vitesse devait être la plus petite possible pour diminuer au maximum la grandeur de la préempreinte ainsi effectuée. Dans notre cas la vitesse relative échantillon-pénétrateur a été réduite au minimum soit 8 μ /s.

2° stade : Application du reste de la charge

Celle-ci peut être effectuée par desexcitation de l'électroaimant entre 1 et 360 sec. Nous avons normalisé cette durée pour nos essais à 20 s.

2.4.3. Influence de la différence de température entre échantillon et pénétrateur sur les mesures de dureté

Le pénétrateur est généralement plus froid que l'échantillon, la température réelle lors de la mesure n'est pas celle de l'échantillon.

Il est donc nécessaire de trouver une procédure pour ce libérer de cet inconvénient, donc d'essayer de préchauffer l'échantillon.

Les essais suivants ont pour but d'étudier l'influence de la température du pénétrateur sur la valeur de la mesure. Il a été choisi à cet effet un échantillon d'acier inoxydable 18-8 bas carbone dont la conductibilité thermique est 0,057 cgs à 700°C.

Six types d'essais ont été effectués à 700°C.

1. Préchauffage indirect pendant 5 min. sans contact entre pénétrateur et échantillon, la distance pénétrateur échantillon étant de l'ordre de 1,0 mm.
La dureté réelle* est atteinte après 15 min. (Voir Fig.13).
 2. Préchauffage indirect pendant 30 min. sans contact entre pénétrateur et échantillon, la distance pénétrateur échantillon étant de l'ordre de 1,0 mm.
La dureté réelle* est atteinte après 5 min. (Voir Fig. 14)
 3. Préchauffage direct pendant 5 min. avec préchauffage de 1 g. pour assurer le contact.
La dureté réelle* est atteinte après 4 min. (voir Fig. 15)
 4. Préchauffage direct pendant 30 min. avec précharge de 1 g pour assurer le contact.
La dureté réelle* est atteinte après 3 min. (Voir Fig. 16)
 5. Préchauffage direct pendant 5 min. avec préchauffage de 100 g. pour assurer un contact encore plus intime.
La dureté réelle* est atteinte après 4 min. (Voir Fig. 17).
 6. Préchauffage direct pendant 30 min. avec précharge de 100 g. pour assurer le contact (Voir 5.).
La dureté réelle* est atteinte pratiquement à la première empreinte (Voir Fig. 18).
-

*

N.B. : On appelle "dureté réelle" la dureté constante obtenue aux dispersions près, après une série de mesures assez importantes.

Il en ressort que le moyen le plus pratique d'effectuer les mesures de dureté est le suivant :

- Préchauffer pendant 5 min. sous une charge de 1 g et faire ensuite sur un autre emplacement l'empreinte de mesure, le moyen le plus sûr restant le préchauffage sous 100 g pendant 30 min.

Remarque : Pour les courbes TTT, dans la période des temps courts < 5 min. un préétalonnage est nécessaire. Il s'obtient en relevant la courbe $H_V = f(T)$ dans l'état métallurgique correspondant, par ex. en zone A+C dans le cas d'un acier à 12% de Cr. Cette opération ne devrait pas offrir de difficultés particulières, étant donné les vitesses de chauffage mises à disposition.

2.5. Empreintes

2.5.1. Dimensions des empreintes

La dimension des empreintes est comprise entre 5 et 150 μ , la précision de mesure est de $\pm 1 \mu$.

2.5.2. Centrage de l'échantillon par rapport à l'axe du pénétrateur et à l'axe optique

- Déplacement du centre du cercle des empreintes par rapport à l'axe du pénétrateur (réglage à l'ambiante).

Le centrage dans le sens E.O. (voir figure ci-dessous), c.a.d. dans le sens du déplacement du charriot, est aisé, grâce à un dispositif de réglage micrométrique.

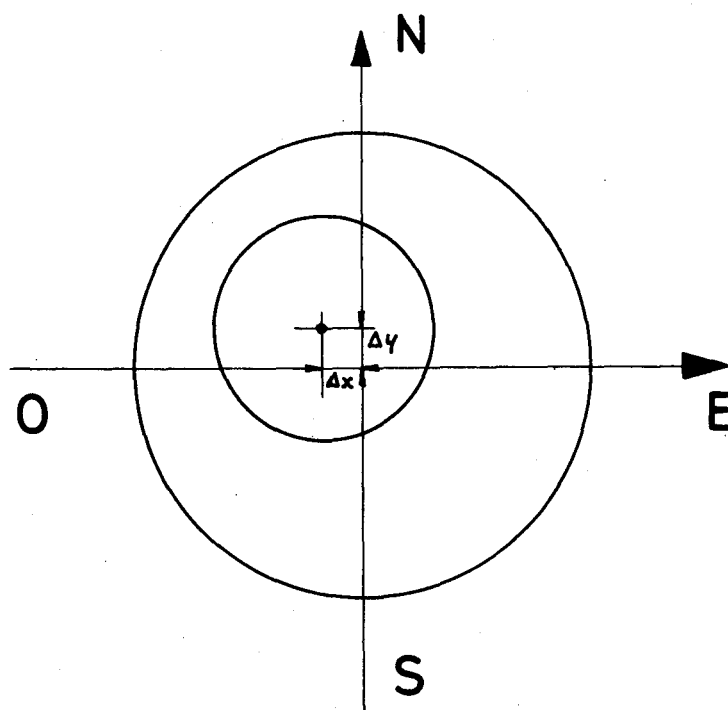
Le centrage dans le sens NS, soit perpendiculairement à cet axe de déplacement est déjà préréglé lors du montage.

Or, lors d'un changement de pénétrateur il est assez rare que l'on retrouve exactement la concordance totale des axes.

Cependant, dans le plus mauvais des cas jusqu'à présent rencontrés, les valeurs du déplacement du centre du cercle des empreintes par rapport au centre de l'échantillon restent très acceptables.

$$\Delta x = 0,1 \text{ m.m}$$

$$\Delta y = 0,5 \text{ m.m}$$



- Coïncidence de l'axe optique du microscope et de l'axe du pénétrateur (réglage effectué en température).

Lorsque le facteur température intervient, la dilatation de l'échantillon est du bloc support entraînent des distorsions supplémentaires de la figure précédente. Il est nécessaire de faire un autre réglage pour faire correspondre l'axe optique et l'axe du pénétrateur. On joue d'une part sur le déplacement EO du chariot porte-échantillon et le déplacement NS du microscope.

Ceci permet de faire l'empreinte à l'endroit choisi avec une précision de 10 à 15 μ dans les cas courants et de 50 μ dans le plus mauvais des cas.

2.5.3. Réglage Angulaire (Voir § 1.3.)

Les empreintes peuvent se faire tous les degrés. Elles sont alors assez distantes les unes des autres pour que la mesure de microdureté soit valable. La Fig. 19 donne un exemple d'empreintes réalisées sur Zr-Nb sous 200 g à 700°C.

2.5.4. Choix de la charge

- Influence de la température

Le choix de la charge est assez délicat, si les mesures de dureté sont effectuées dans une gamme de température très étendue. En effet une charge compatible avec des températures faibles donne des empreintes de dimensions trop importantes pour les hautes températures. Cet inconvénient est amplifié lorsque se présente un changement de phase $\sigma \rightarrow \delta$ acier ou $\sigma \rightarrow \beta$ Zr.

Il convient d'effectuer des essais de recoupement à des niveaux de température inférieurs et une pré-mesure de la valeur des empreintes à l'ambiante. La Fig. 20 montre une série d'empreintes réalisées sur de l'acier à 12% de Cr de différents charges pour en déterminer la plus adaptée.

Remarque : Dans la partie de la courbe F + C il est également possible de suivre la variation de la microdureté liée à la transformation des carbures.

2.6. Capteur de déplacement

La dilatation des différents composants se repercute sur la mesure de la vitesse de pénétration. Celle-ci ne serait rendue possible qu'après une stabilisation très précise de la température des diverses parties de l'enceinte et une stabilité très élevée des composants électroniques.

3. RESULTATS

Les résultats présentés ci-après donnent une illustration des possibilités offertes par cet appareillage. Nous nous sommes attachés à retrouver des résultats déjà connus, dans le seul but de tester l'appareillage dans des conditions expérimentales réelles.

3.1. Courbe de dureté en fonction de la température de matériau ou alliage non soumis à des variations structurales

- La courbe (Fig. 21 et 22) donne la variation de la dureté d'un acier inoxydable 18-8 bas carbone en fonction de la température.

- La courbe (Fig. 23) donne la variation de la dureté en fonction de la température de 4 grades de SAP. On peut noter une différence d'allure entre le SAP 10 et 7% d'une part, le SAP 14 et 4% d'autre part. Ce phénomène est dû à la provenance diverse des poudres, liée à une méthode de production différente également.

3.2. Détermination des courbes TTT - Cas d'un acier à 12% Cr (P 12)

- L'échantillon est porté en zone d'austénisation pendant 1/2 h à 1000°C. Il est ensuite trempé à la température désirée le plus rapidement possible et les empreintes sont effectuées, sous 200 g. de charge, à des périodes de temps croissantes. Après correction due à la température du pénétrateur (Voir § 2.4.3.) il est possible de tracer la courbe $H_V = f(\text{temps})$ à température de trempé constante. L'apparition de la phase α et la disparition totale de l'austenite se signalent par des changements de pente sur la courbe. Le diagramme 24 donne un exemple de détermination de ces points particuliers.
- Les résultats de ces déterminations sont donnés dans la Fig. 25 où il a été également reporté les courbes TTT données par la littérature (3) obtenues par la méthode métallographique. Notons que la courbe de début de transformation déterminée par dureté est beaucoup plus reculée dans le temps, mais qu'il y a un assez bon accord dans la courbe de fin de transformation.

Remarque : Il nous est apparu nécessaire de changer l'échantillon après 2 ou 3 austénisations pour éviter les phénomènes inhérents au passage

- Influence de la texture et de la grosseur de grain

La charge doit être également choisie en fonction du problème à résoudre. En effet par expérience on sait qu'il est possible d'effectuer l'empreinte soit à l'intérieur d'un grain, soit sur un joint de grain ou de macles, soit plus généralement sur un ensemble de plusieurs grains.

Il apparaît donc évident que le choix de la charge doit tenir compte des conditions suivantes :

- . Faibles charges : petites empreintes dans le cas d'une recherche fine : Comparaison de phases, précipités, textures.
- . Charges moyennes : empreintes relativement importantes pour étude de caractéristiques globales.

3.3. Transformation d'un alliage de Zr - 2,5 Nb

Les mesures de dureté en fonction de la température ont été effectuées sur un alliage Zr Nb (2,5% de Nb) ayant subi le traitement suivant :

- Forgeage à 1000°C en rond de 105 mm.
- Trempe à l'eau après maintien de 1.h30 à 1000°C
- Recuit sous vide 24h à 575 °C.

D'après les travaux de MICHAELS (4), il semble que l'alliage soit sous forme entièrement recristallisée, et que la phase intermédiaire soit complètement décomposée.

La courbe de dureté en fonction de la température croissante montre alors 2 discontinuités que nous attribuons au passage par les points de transformation. Ces points de transformations sont en assez bon accord avec ceux de la littérature (4) si l'on tient compte des phénomènes dus à la température et au temps (courbe TTT). (Voir Fig.26)

CONCLUSIONS

La machine de microdureté sous vide à haute température décrite dans ce rapport permet donc grâce à ses caractéristiques d'effectuer différents types d'essais sur des matériaux métalliques les plus divers. La mesure d'une propriété mécanique (dureté) liée à l'observation de la structure à haute température constitue sa principale caractéristique et permet d'envisager un champ d'application étendu.

Il a été en outre déterminé les conditions expérimentales nécessaires pour obtenir des résultats corrects. En particuliers des points de transformation d'alliage ou de métaux à variété allotropique ont pu être déterminés. Il a été également possible de mesurer l'influence d'un revenu ou d'un recuit et de suivre parallèlement l'évolution de la structure en fonction du temps et de la température.

Ces quelques résultats préliminaires montrent donc que cet appareillage est un outil de travail intéressant pour résoudre de nombreux problèmes dont une partie était jusqu'alors du ressort de la métallographie.

REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier tout particulièrement Mrs. D. BOERMAN et A. BINDA (C.C.R. - Ispra) dont l'aide pour la partie expérimentale et la critique des résultats nous ont été très précieuse.

BIBLIOGRAPHIE

1. H. BUCKLE "L'essai de microdureté et ses applications"
Publication Scientifique du Ministère de l'air - 1960 -
2. BISHOF et WENDEROTT - Archiv für Eisenhüttenwesen 5
(1941 - 1942) - 479 -
3. G. DELBART et A. CONSTANT - "Courbes de transformation des
aciers de fabrication française" -
Publication de l'IRSID -
4. T.E. MICHAELS - "Heat treatment of the alloy Zr - 2,5 wt% Nb "
BNWL 546 - Sept. 1967 -

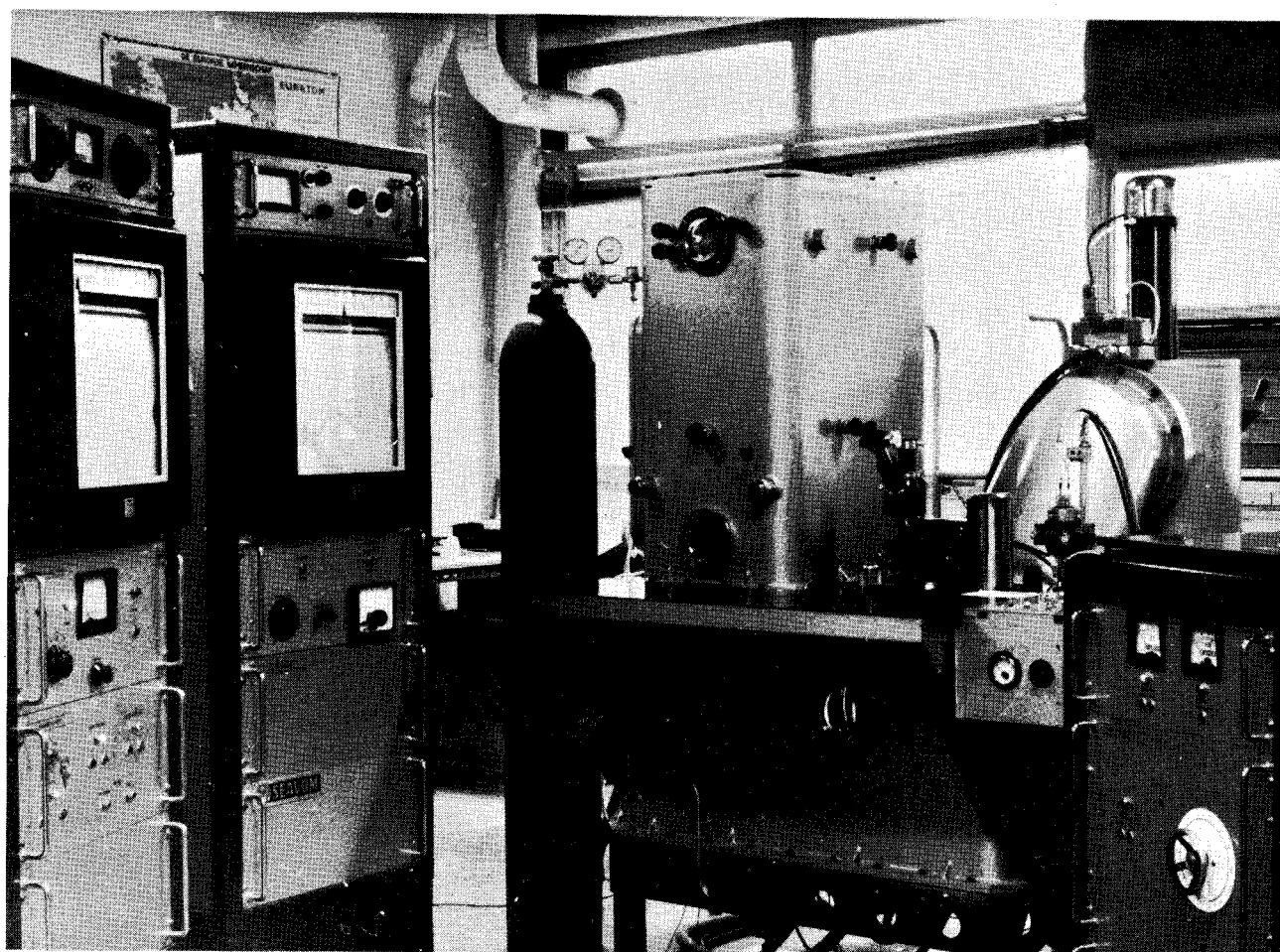


Fig. 1 : Vue d'ensemble de l'appareillage

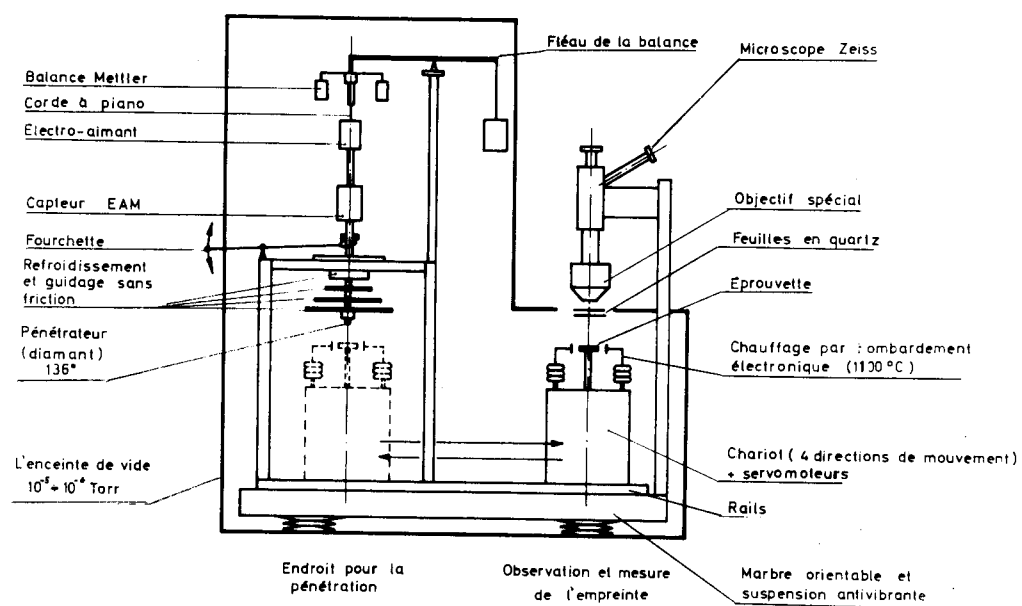


Fig. 2 : Schéma de principe

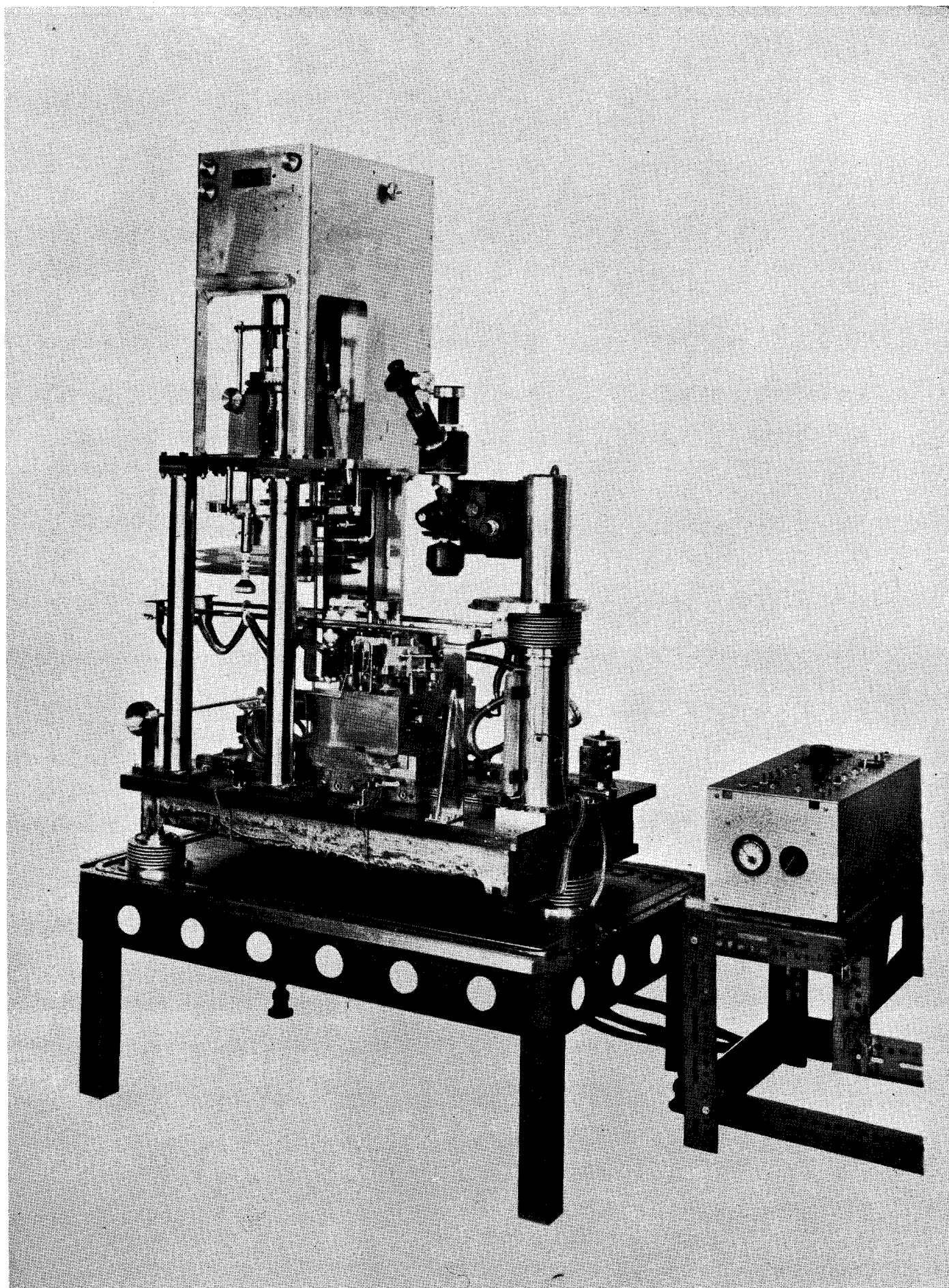


Fig. 3 : Vue de la partie principale sans la cloche à vide

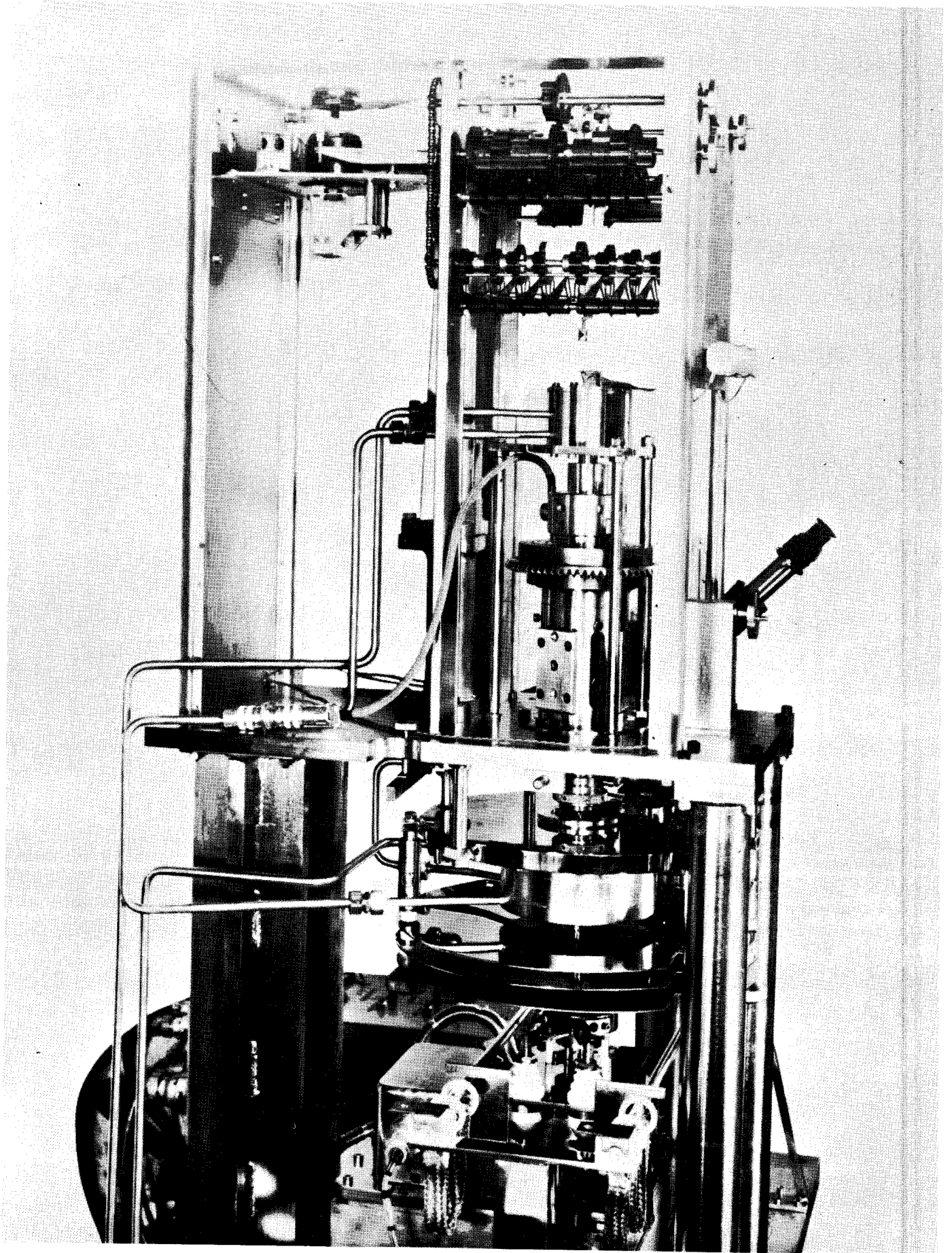


Fig. 4 : Système de mise en charge

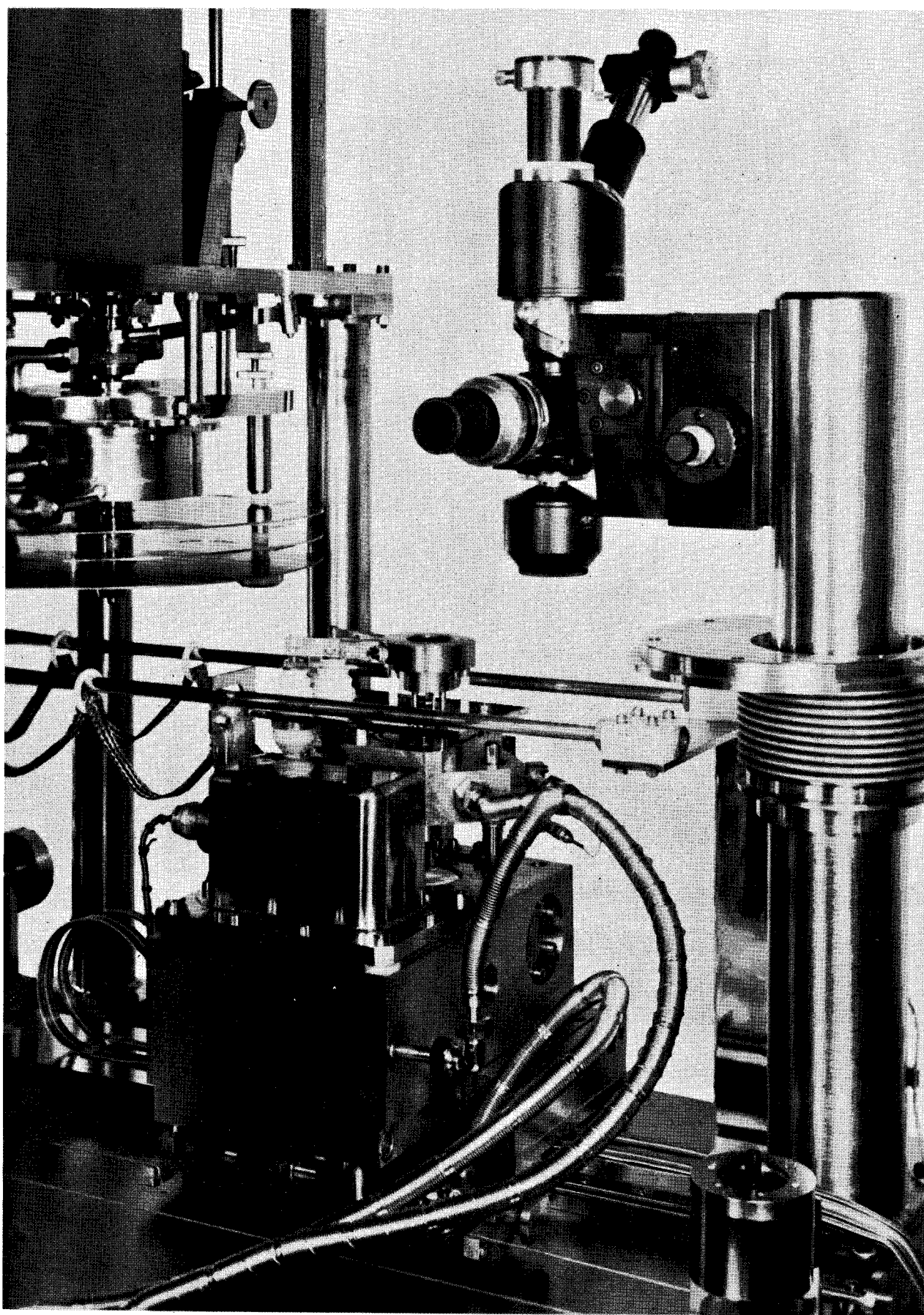


Fig. 5 : Vue du chariot porte-échantillon

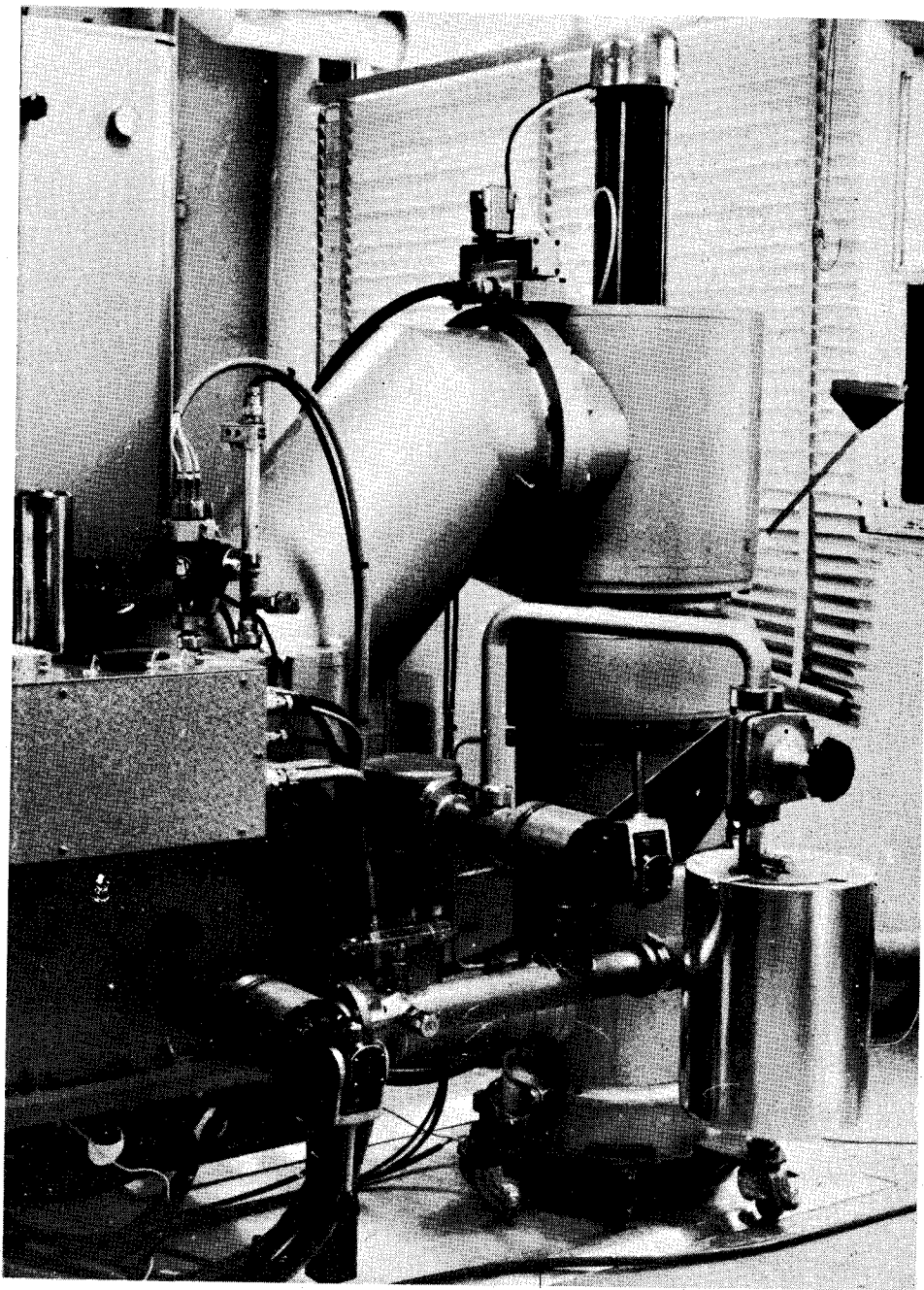


Fig. 6 : Vue du groupe de pompage

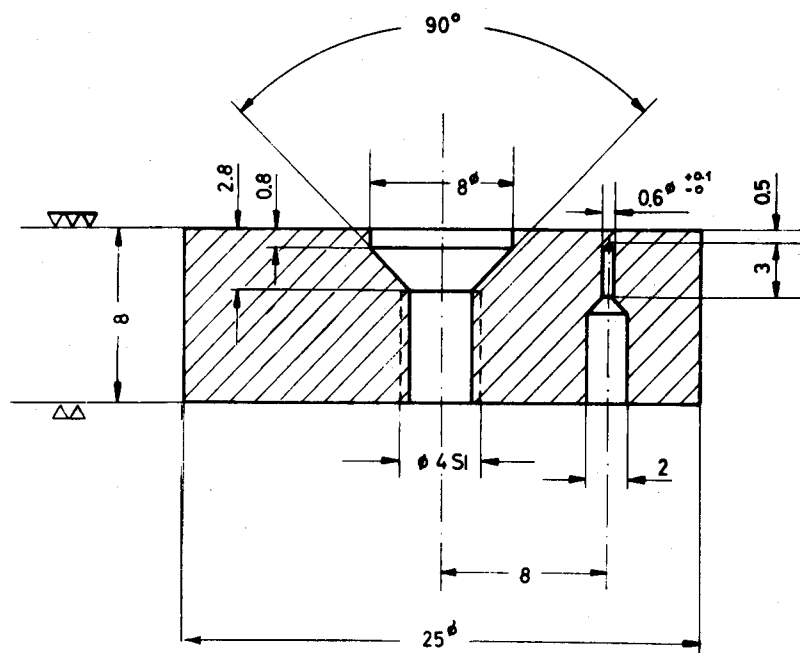


Fig. 7 : Dessin de l'échantillon

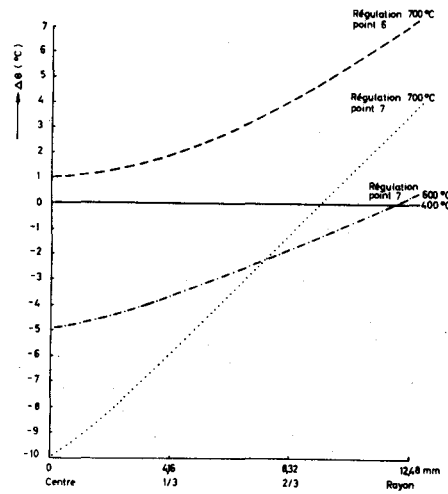


Fig. 8

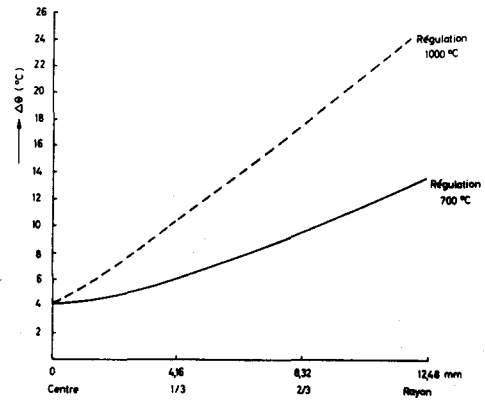


Fig. 9

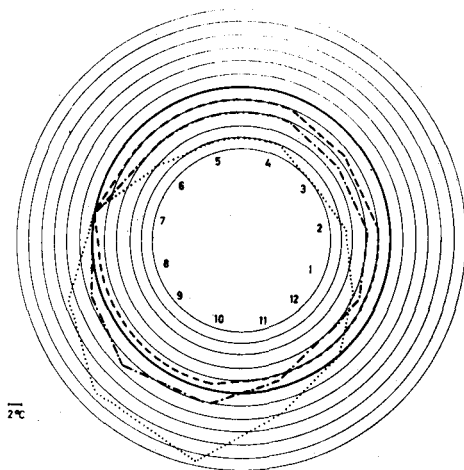


Fig. 10

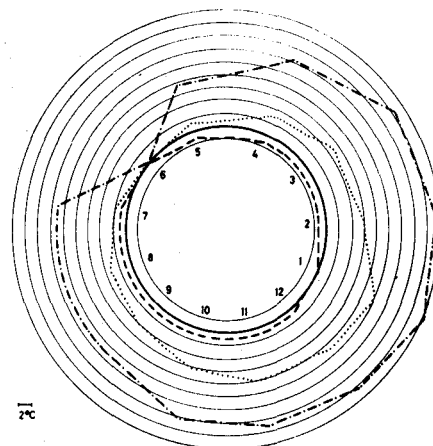


Fig. 11

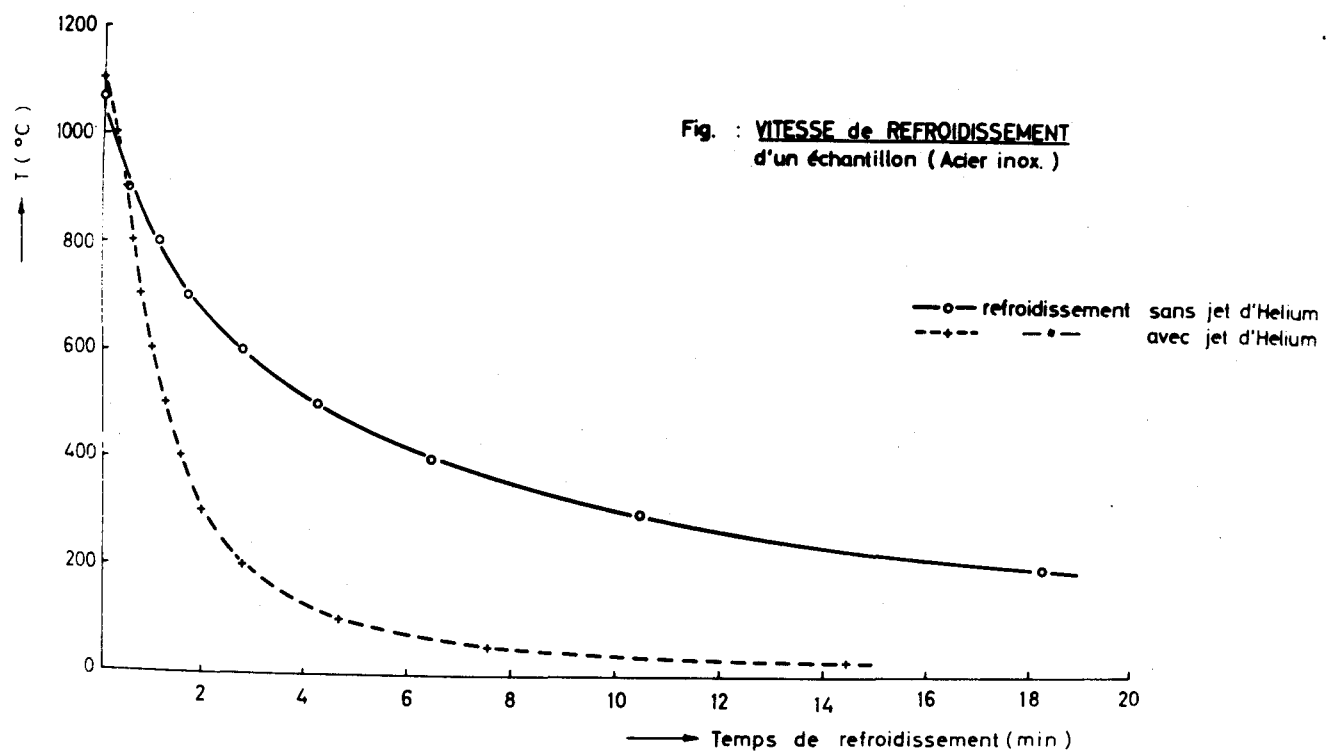


Fig. 12 : Relevé de vitesses de refroidissement :
- Sans jet d'Hélium
- Avec jet d'Hélium

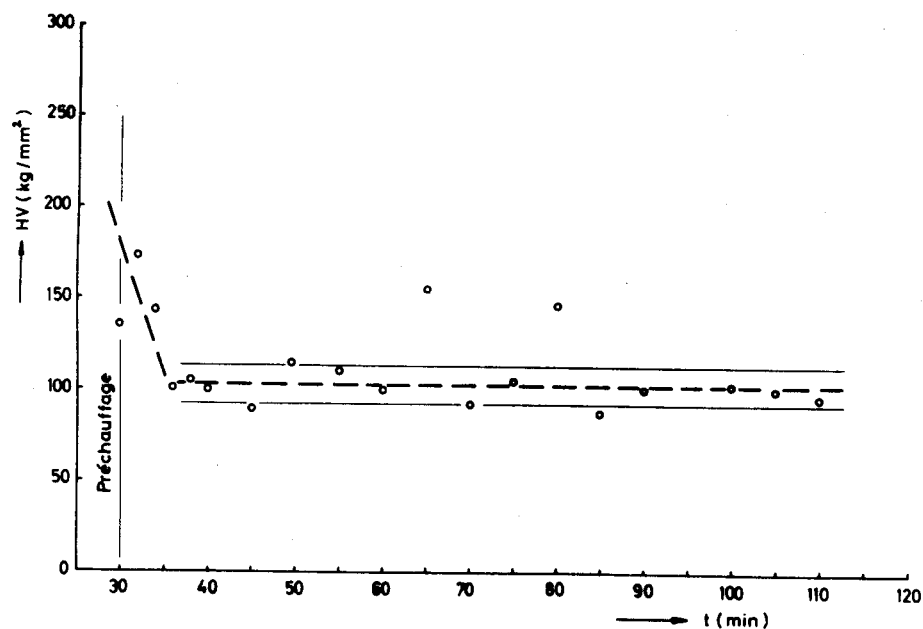


Fig. 13 : Préchauffage 5 mm - charge 0 g. -

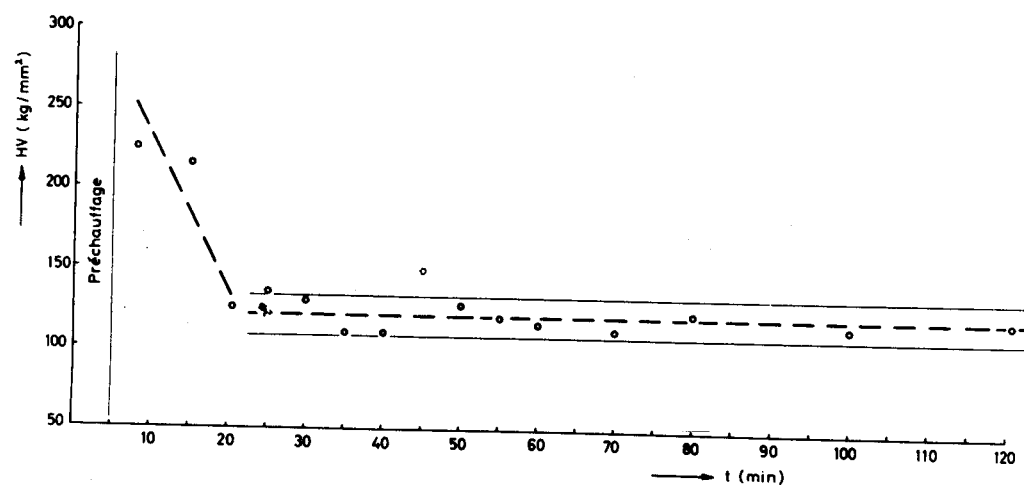


Fig. 14 : Préchauffage 30 min. - charge 0 g -

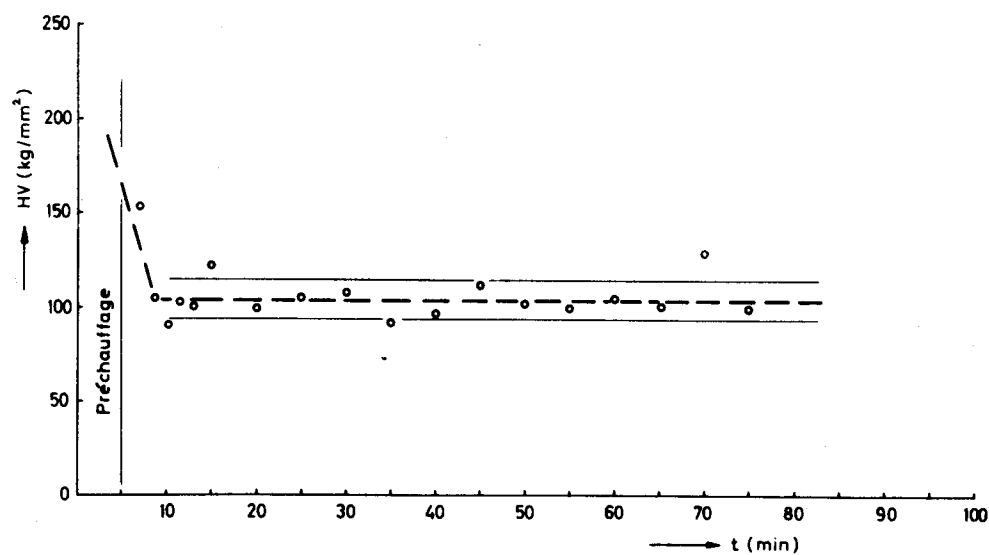


Fig. 15 : Préchauffage 5 min. - charge 1 g -

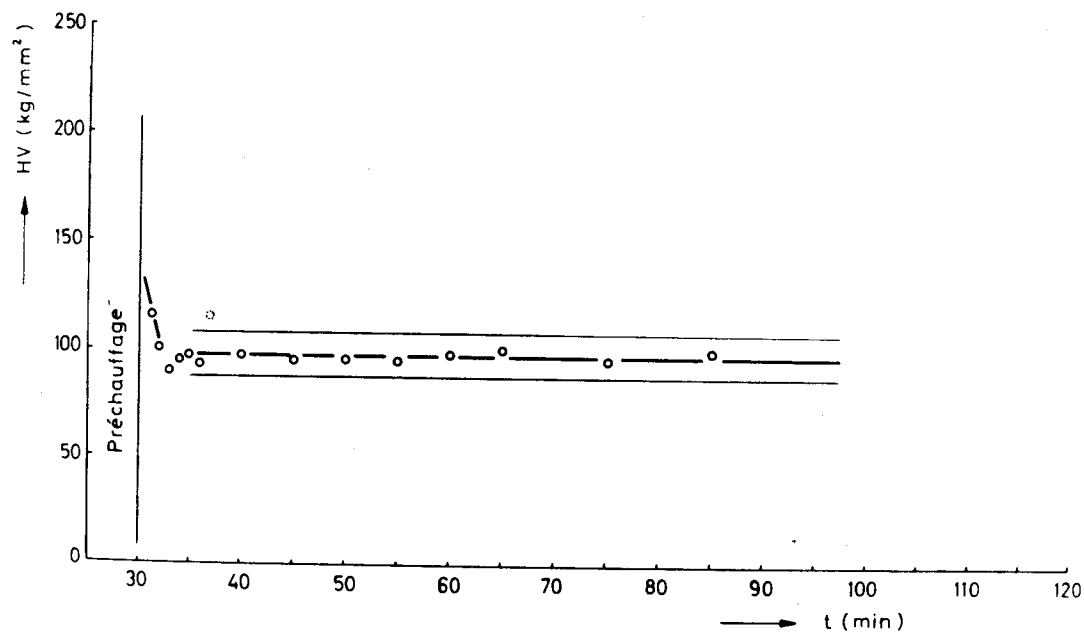


Fig. 16 : Préchauffage 30 min. - charge 1 g -

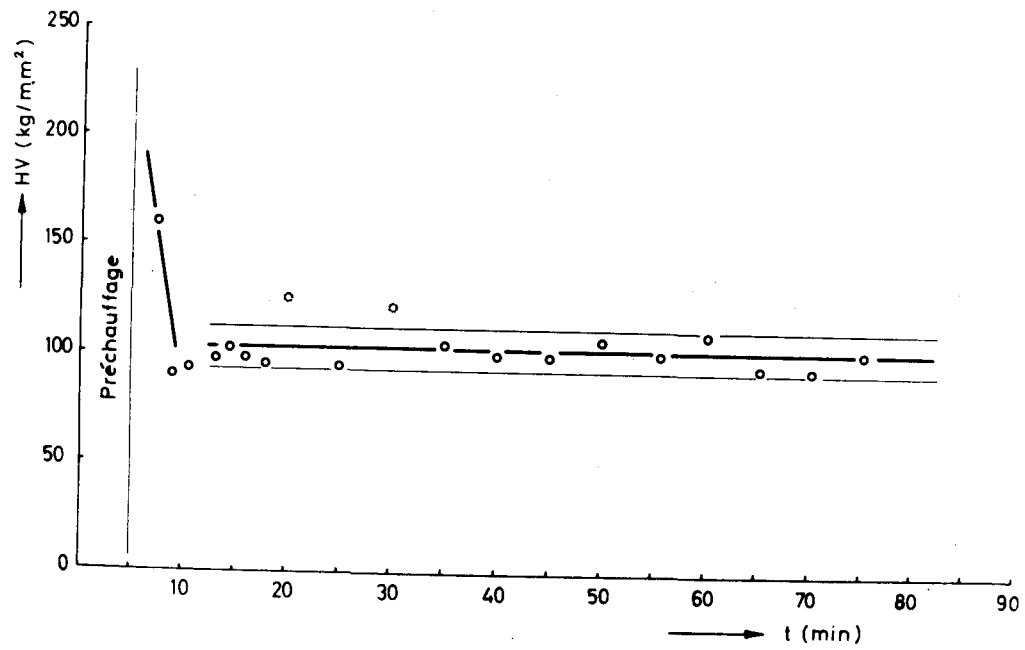


Fig. 17 : Préchauffage 5 min. - charge 100 g -

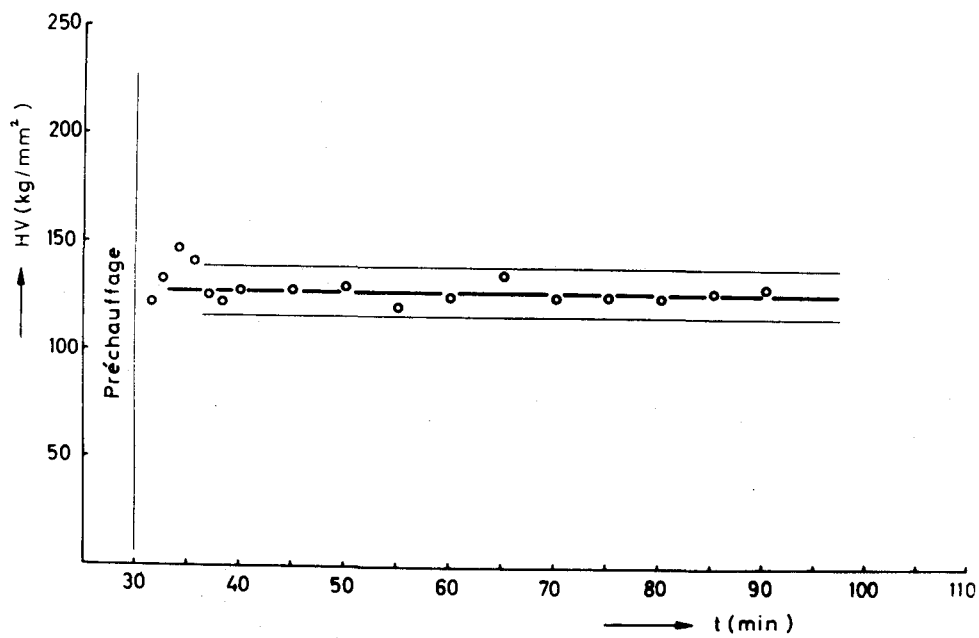


Fig. 18 : Préchauffage 30 min. - charge 100 g -

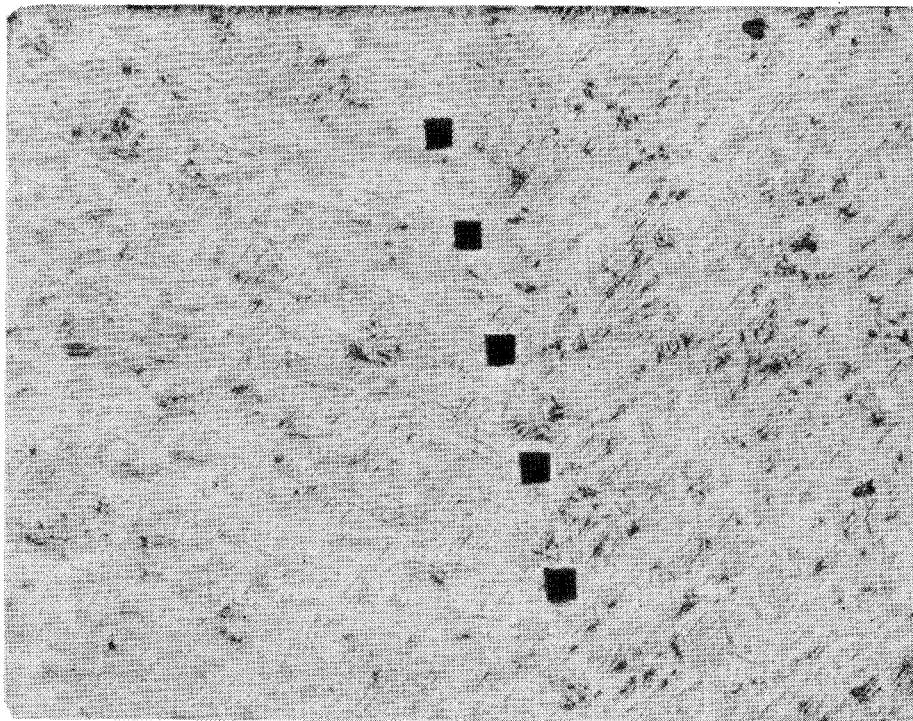


Fig. 19 : X 100 P = 200 gr.
Zr/Nb 2,5 $\theta = 720^{\circ}\text{C}$

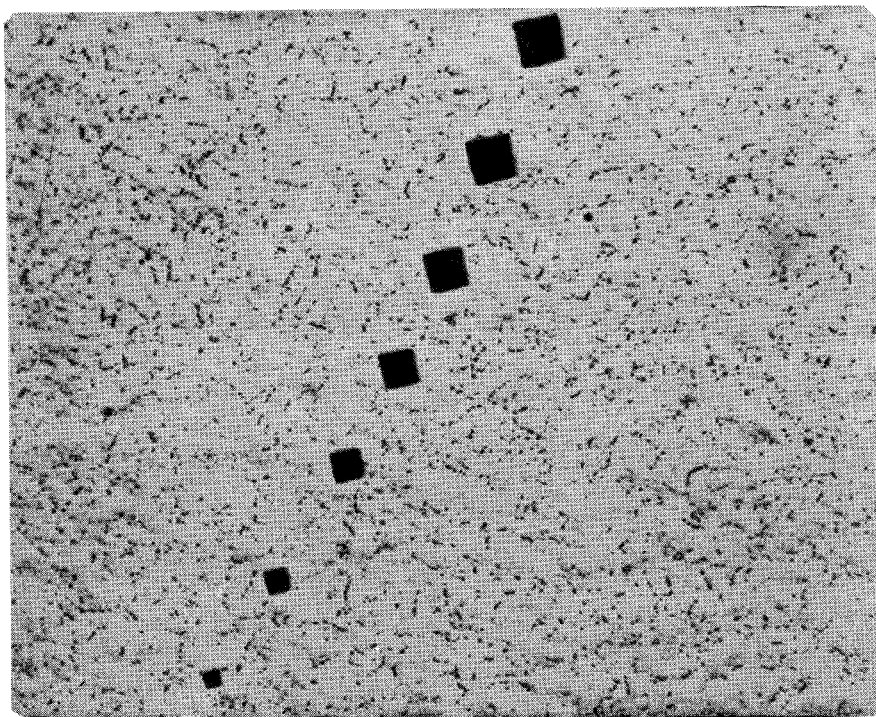


Fig. 20 : X 100
Acier à 12% de Cr (P12)
Empreintes de 700 g à 100 g
 $\theta = 20^{\circ}$

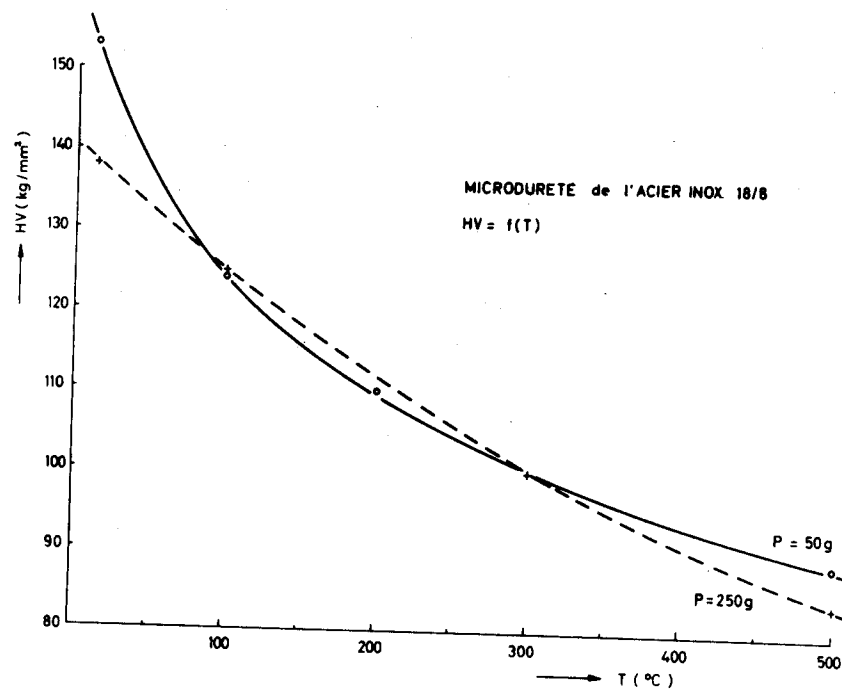


Fig. 21

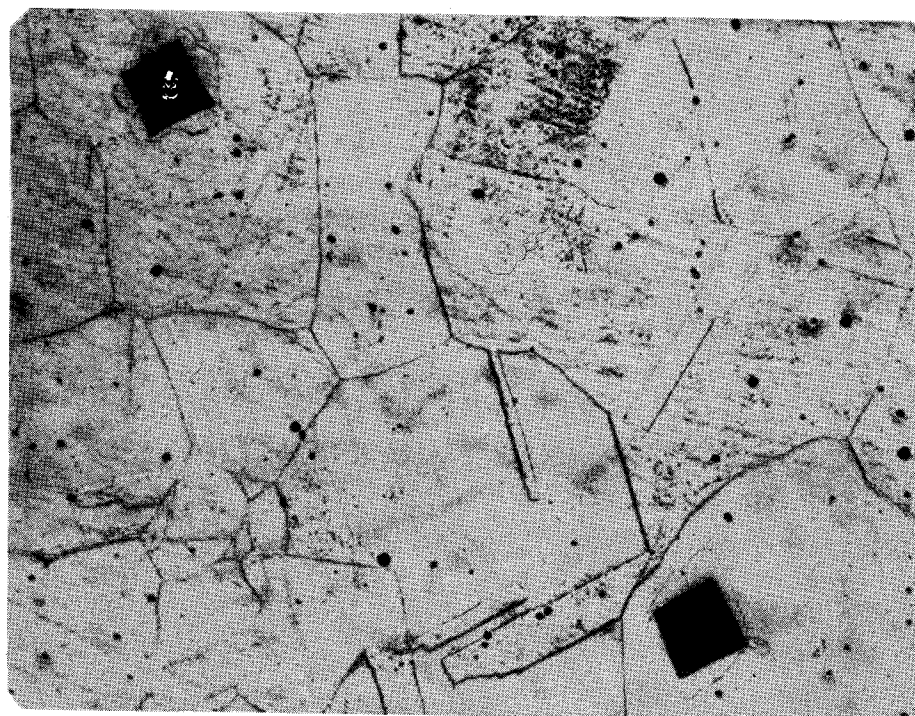


Fig. 22 : X 200

Acier inox 18/8

P = 200 gr.

θ = 300°C

NB. : On notera l'apparition des lignes de déformation plastique autour des empreintes.

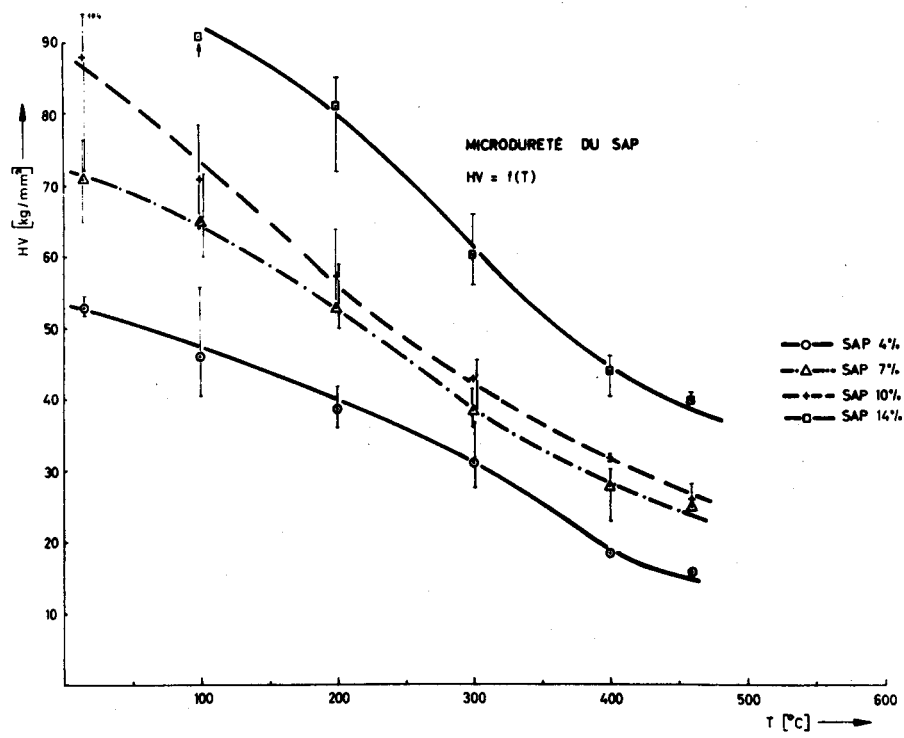


Fig. 23

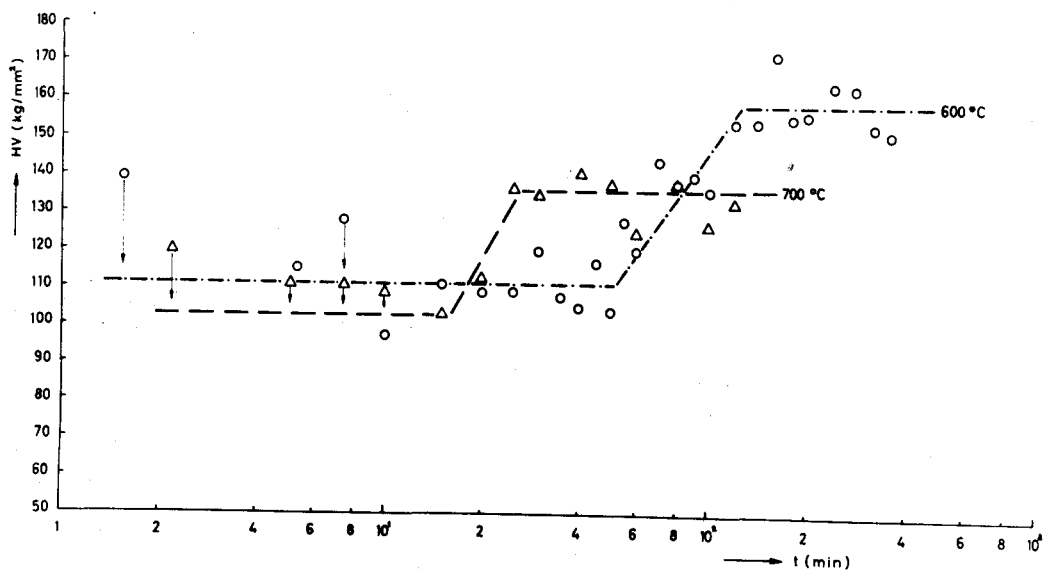


Fig. 24 : Variation de la dureté en fonction de la transformation à température constante - (Acier P12)

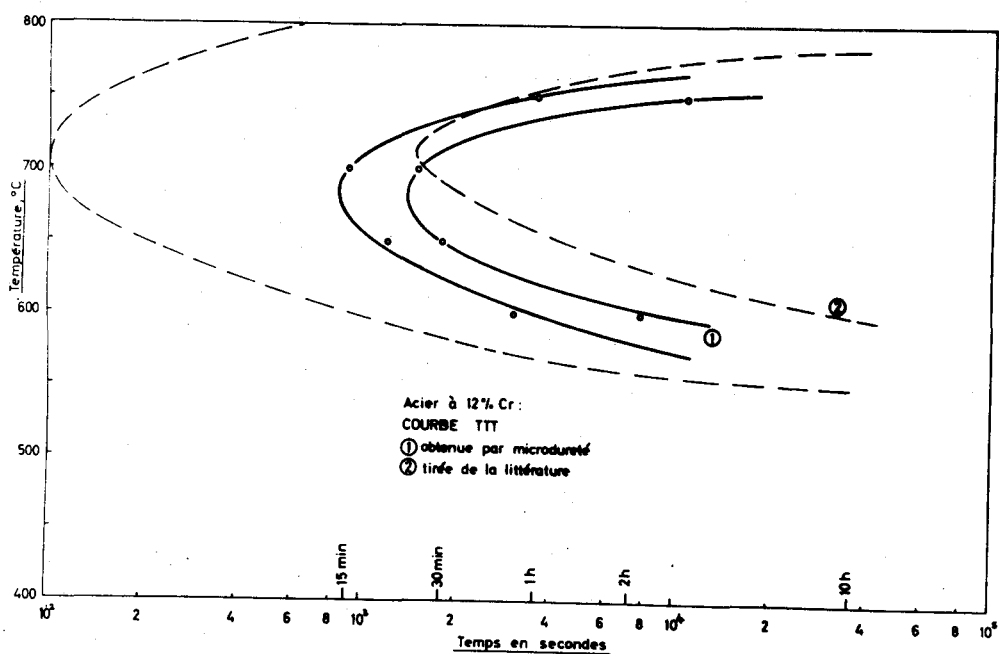


Fig. 25

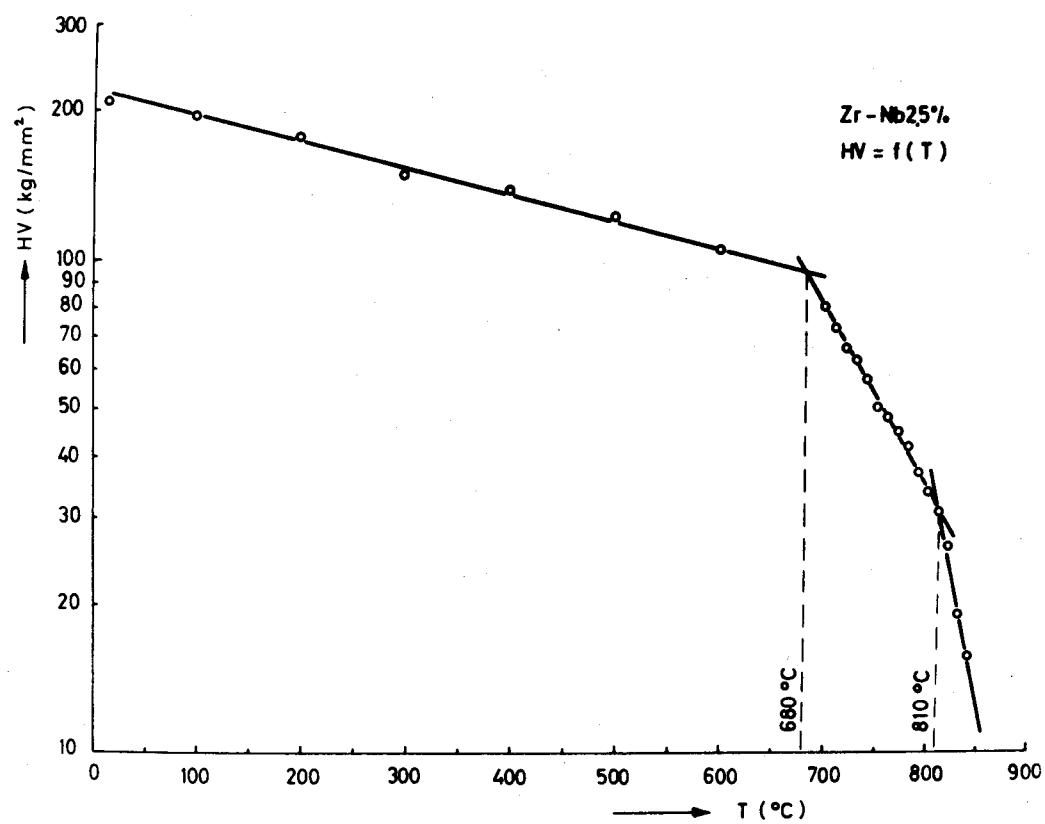


Fig. 26 : Détermination des points de transformation d'un alliage Zr - 2,5 Nb -

BUREAUX DE VENTE

Tous les rapports Euratom sont vendus dans les bureaux suivants, aux prix indiqués au verso de la première page de couverture (lors de la commande, bien indiquer le numéro EUR et le titre du rapport, qui figurent sur la première page de couverture).

OFFICE CENTRAL DE VENTE DES PUBLICATIONS DES COMMUNAUTES EUROPEENNES

2, place de Metz, Luxembourg (Compte chèque postal N° 191-90)

BELGIQUE — BELGIË

MONITEUR BELGE
40-42, rue de Louvain - Bruxelles
BELGISCH STAATSBAD
Leuvenseweg 40-42, - Brussel

LUXEMBOURG

OFFICE CENTRAL DE VENTE
DES PUBLICATIONS DES
COMMUNAUTES EUROPEENNES
9, rue Goethe - Luxembourg

DEUTSCHLAND

BUNDESANZEIGER
Postfach - Köln 1

NEDERLAND

STAATSDRUKKERIJ
Christoffel Plantijnstraat - Den Haag

FRANCE

SERVICE DE VENTE EN FRANCE
DES PUBLICATIONS DES
COMMUNAUTES EUROPEENNES
26, rue Desaix - Paris 15°

ITALIA

LIBRERIA DELLO STATO
Piazza G. Verdi, 10 - Roma

UNITED KINGDOM

H. M. STATIONERY OFFICE
P. O. Box 569 - London S.E.1

EURATOM — C.I.D.
51-53, rue Belliard
Bruxelles (Belgique)